

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

AF

(11)Publication number : 2000-077026

(43)Date of publication of application : 14.03.2000

(51)Int.Cl.

H01J 49/42
G01N 27/62
H01J 49/06

(21)Application number : 10-242082

(71)Applicant : ULVAC JAPAN LTD

(22)Date of filing : 27.08.1998

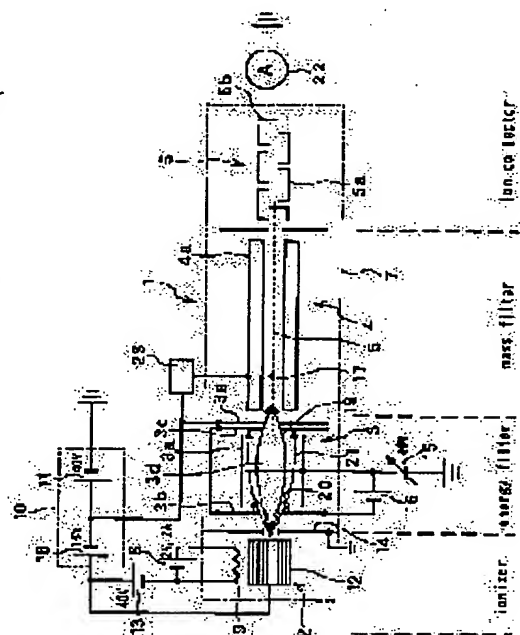
(72)Inventor : TAKAHASHI NAOKI
YAGISHITA KOJI

(54) MASS SPECTROMETRY METHOD AND DEVICE IN EXTREMELY HIGH VACUUM

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To prevent reduction of ion pass probability in an ion energy analysis part and generation of a great amount of gas due to a collision of thermoelectrons against chamber walls and attain an accurate mass spectrometry sequentially from a high vacuum area to an extremely high vacuum area.

SOLUTION: This method performs a mass spectrometry in which ions are extracted from an ion generating part 2 for generating ion by an impact of thermoelectrons irradiated from a filament to a grid 12; the ions extracted are selected in an ion analysis part 3 followed by mass analysis in a mass separation part 4; and the ions analyzed are guided to an ion detection part 5 for detection. A Bessel-box type energy analyzer is used in the ion energy analysis part 3. A quadropole mass analysis tube is used in the mass separation part 4. Potentials of a final electrode 3e at an ion outlet of the Bessel-box type energy analyzer and a central electric field of the quadropole mass analysis tube are set on an approximately equal positive potential.



BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2000-77026

(P 2 0 0 0 - 7 7 0 2 6 A)

(43) 公開日 平成12年3月14日 (2000.3.14)

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード (参考)
H01J 49/42		H01J 49/42	5C038
G01N 27/62		G01N 27/62	L
H01J 49/06		H01J 49/06	

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平10-242082

(22) 出願日 平成10年8月27日 (1998.8.27)

(71) 出願人 000231464

日本真空技術株式会社
神奈川県茅ヶ崎市萩園2500番地

(72) 発明者 高橋 直樹

神奈川県茅ヶ崎市萩園2500番地 日本真空
技術株式会社内

(72) 発明者 柳下 浩二

神奈川県茅ヶ崎市萩園2500番地 日本真空
技術株式会社内

(74) 代理人 100060025

弁理士 北村 欣一 (外 3 名)

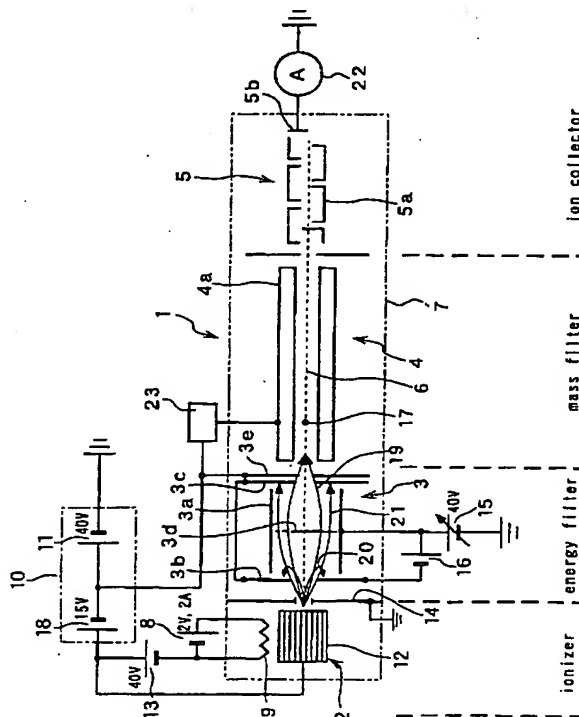
Fターム (参考) 5C038 FF07 JJ02 JJ06 JJ07 JJ11

(54) 【発明の名称】 極高真空に於ける質量分析方法と装置

(57) 【要約】

【課題】 イオンエネルギー分析部でのイオン通過確率の低下を防ぐと共に熱電子がチャンバー壁に衝突することの不都合を解消して高真空領域から極高真空領域にまで連続して正確な質量分析を行える方法と装置を提供する。

【解決手段】 フィラメント9からグリッド12に向けて照射される熱電子の衝撃によりイオンを生成するイオン生成部2からイオンを引き出し、引き出したイオンをイオンエネルギー分析部3で選別したのち質量分離部4において質量分析し、分析されたイオンをイオン検出部5へ導いて検出する質量分析方法に於いて、該イオンエネルギー分析部にベッセルボックス型エネルギー分析器を使用すると共に該質量分離部に四重極質量分析管を使用し、該ベッセルボックス型エネルギー分析器のイオン出口側の最終電極3eと該四重極質量分析管の中心電場の電位をほぼ等しい正電位に設定する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】フィラメントからグリッドに向けて照射される熱電子の衝撃によりイオンを生成するイオン生成部からイオンを引き出し、引き出したイオンをイオンエネルギー分析部で選別したのち質量分離部において質量分析し、分析されたイオンをイオン検出部へ導いて検出する質量分析方法に於いて、該イオンエネルギー分析部にベッセルボックス型エネルギー分析器を使用すると共に該質量分離部に四重極質量分析管を使用し、該ベッセルボックス型エネルギー分析器のイオン出口側の最終電極と該四重極質量分析管の中心電場の電位をほぼ等しい正電位に設定することを特徴とする極高真空に於ける質量分析方法。

【請求項2】上記正電位は上記グリッドの電位よりも低いことを特徴とする請求項1に記載の極高真空に於ける質量分析方法。

【請求項3】フィラメントとグリッドを備えて該フィラメントからの熱電子によりガスをイオン化するイオン生成部と、該イオン生成部内で生成したイオンを引き出す引出電極と、入口側と出口側に加速電極を備え且つ導入されたイオンをそのエネルギーに応じて選別するベッセルボックス型エネルギー分析器と、選別されたイオンをその質量に応じて分析する四重極質量分析管と、分析されたイオンの量を検出するイオン検出部とをイオン引出軸上に順次配設した質量分析装置に於いて、該エネルギー分析器のイオン出口側に最終電極を設け、該最終電極を該グリッドの電位よりも低い正電位に制御する制御直流電源に接続し、さらに該制御直流電源を該四重極質量分析管の高周波電源のバイアス電源となるように接続したことを特徴とする極高真空用質量分析装置。

【請求項4】上記ベッセルボックス型エネルギー分析器は、上記イオン生成部からのイオン引出軸に中心が合致した筒型電極と、その筒内に設けられて該筒型電極と同電位が与えられた邪魔板を有することを特徴とする請求項1又は3に記載の極高真空に於ける質量分析方法又は極高真空用質量分析装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、 10^{-8} Pa以下の超高真空から極高真空で超清浄な真空プロセスまで連続してガスを質量分析する方法と装置に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、真空中に発生するガスを質量分析する方法として、例えば特開昭61-140050号公報に見られるように、イオン生成部においてガスにフィラメントからの熱電子を照射してイオンを生成させ、生成したイオンを引出電極により引き出し、引き出されたイオンのうちから特定のエネルギーを持つイオンをイオンエネルギー分析部において選別し、選別されたイオンを四重極質量分析管へと導いてそのイオン中から特定の

質量のイオンを分析し、分析されたイオンのイオン量をイオン検出部に於いて検出する方法が知られている。また、イオンをイオンが持つエネルギーによって分離する手段として、静電偏向型エネルギー分析器やベッセルボックス型エネルギー分析器が知られている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】上記従来の方法では、質量分離部の前方にイオンエネルギー分析部が配置されているため、該イオンエネルギー分析部のイオン通過確率がこれのない場合に比べて約1~2桁低下して質量分離部へ導かれるイオンが大幅に減り、超高真空領域や 10^{-11} Pa以下の極高真空領域では測定が不可能になる欠点があった。

【0004】また、イオン生成部のフィラメントから発生する熱電子がイオンエネルギー分析部を介して質量分離部へと測定系の電位により導かれ、そのチャンパー壁に衝突して多量のガスを放出するため、該エネルギー分析部でエネルギー的に気体イオンのみを測定しようとしても、極高真空領域に近くなると放出ガスによるバックグラウンドノイズが無視できなくなり、正確な質量分析を行えない不都合があった。

【0005】本発明は、イオンエネルギー分析部でのイオン通過確率の低下を防ぐと共に熱電子がチャンパー壁に衝突することの不都合を解消して高真空領域から極高真空領域にまで連続して正確な質量分析を行える方法と装置を提供することを目的とするものである。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明では、フィラメントからグリッドに向けて照射される熱電子の衝撃によりイオンを生成するイオン生成部からイオンを引き出し、引き出したイオンをイオンエネルギー分析部で選別したのち質量分離部において質量分析し、分析されたイオンをイオン検出部へ導いて検出する質量分析方法に於いて、該イオンエネルギー分析部にベッセルボックス型エネルギー分析器を使用すると共に該質量分離部に四重極質量分析管を使用し、該ベッセルボックス型エネルギー分析器のイオン出口側の最終電極と該四重極質量分析管の中心電場の電位をほぼ等しい正電位に設定することにより、上記の目的を達成するようにした。該正電位は該グリッドの電位よりも低い電位とすることが好ましい。また、上記の目的は、フィラメントとグリッドを備えて該フィラメントからの熱電子によりガスをイオン化するイオン生成部と、該イオン生成部内で生成したイオンを引き出す引出電極と、入口側と出口側に加速電極を備え且つ導入されたイオンをそのエネルギーに応じて選別するベッセルボックス型エネルギー分析器と、選別されたイオンをその質量に応じて分析する四重極質量分析管と、分析されたイオンの量を検出するイオン検出部とをイオン引出軸上に順次配設した質量分析装置に於いて、該エネルギー分析器のイオン出口側に最終電極を設け、

10

20

30

40

50

該最終電極を該グリッドの電位よりも低い正電位に制御する制御直流電源に接続し、さらに該制御直流電源を該四重極質量分析管の高周波電源のバイアス電源となるように接続することにより達成され、該ベッセルボックス型エネルギー分析器には、該イオン生成部からのイオン引出軸に中心が合致した筒型電極と、その筒内に設けられて該筒型電極と同電位が与えられた邪魔板を有することが好ましい。

【0007】

【発明の実施の形態】本発明の実施の形態を図面に基づき説明すると、図1に於いて符号1は、イオン生成部2、イオンエネルギー分析部3、質量分離部4及びイオン検出部5を点線で示したイオン引出軸6に沿って順次に配設した質量分析装置を示し、該イオン生成部2は質量分析する極高真空中に設けられ、イオンエネルギー分析部3と質量分離部4及びイオン検出部5は気密のチャンパー7内に設けられる。

【0008】該イオン生成部2は、フィラメント直流電源8に接続されたフィラメント9と主直流電源10に接続された籠型のグリッド12を備えたもので、該フィラメント9とグリッド12間にバイアス電源13によりバイアス電圧が印加され、該フィラメント9の発熱で発生する熱電子はグリッド12に導かれてその内部のイオン化領域にあるガス分子をイオン化して気相イオンを生成させると同時にイオン化領域外のイオン生成部2の壁面等に衝突して電子衝撃脱離イオン(ESDIオン)を生成させ、これらのイオンは、アース電位の引出電極14によりイオンエネルギー分析部3へと引き出される。10⁻⁸Pa程度の真空中では気体イオンの数も多く、ESDIオンの割合が気体イオンに比べて少ないので比較的正確な質量分析を行えるが、極高真空中では気体イオンの数が少ないのでESDIオンを除去しない限り正確な分析は行えない。

【0009】イオン化領域で生成した気体イオンと領域外で生成したESDIオンとでは約5eVのエネルギー差を持つことが判明しており、該イオンエネルギー分析部3では、このエネルギー差を利用してイオン生成部2から導入されるイオンの中から電界の設定によりESDIオンを除外し気体イオンのみを選別して質量分離部4へと通過させる。エネルギー差を利用して気体イオンとESDIオンを選別するには、同心半球型や平行平板型の静電偏向式分析器などが考えられるが、本発明では該イオンエネルギー分析部3として、イオン引出軸6に中心を合致させた円筒型電極3aと、該電極3aの入口側及び出口側に設けた円盤状の両端電極3b、3cと、該電極3aの内部のイオン引出軸6上に設けた邪魔板3dとを備えた構成のベッセルボックス型エネルギー分析器を使用し、該円筒型電極3a及び邪魔板3dに可変の直流電源15を接続し、両端電極3b、3cには電源16を接続して該円筒型電極3aとの間に電位差を設け、該電源

15を調節することで該円筒型電極3a内に静電レンズ効果を持つ電界を発生させ、選択された気体イオンを出口で収束させるようにした。

【0010】該質量分離部4は、高周波電源23に接続した4本の分析ロッド4aを有する公知の四重極質量分析管で構成され、これに導入された各種イオン中から、該分析管に発生する所望のイオン種を収束させる電磁場により特定のイオン種のみが分析されてイオン検出部5へ導かれる。該イオン検出部5は、質量分離された特定のイオン種を増幅する二次電子倍增管5aとイオン電流を検出するイオンコレクター5bとを備えた公知のもので、該イオンコレクター5bに電流計22が接続される。

【0011】該イオンエネルギー分析部3に上記構成のベッセルボックス型エネルギー分析器を使用してその出口側に気相イオンを収束させても、この収束状態は隣接する質量分離部4の電界により乱されてしまうことになるので、本発明では該円筒型電極3aの出口側の両端電極3cの更に外側に最終電極3eを設け、この電位を該質量分離部4の中心電場の電位とほぼ等しい正電位とすることによりその収束状態を維持し、同時に従来のような熱電子がイオン生成部2から質量分離部4内へ飛来してそのチャンパー7の壁面に衝突し、測定の障害となるガスを放出することの不都合を解消した。該質量分離部4の四重極質量分析管の中心電場を設定するために高周波電源23にそのバイアス電源となる制御直流電源11を接続し、さらにこの直流電源11を最終電極3eに接続した。さらに主直流電源10を直列に接続した制御直流電源11と昇圧電源18とで構成し、最終電極3eと四重極質量分析管の中心電場の電位17を正電位に保ち、イオンが収束状態のまま質量分離部4へ導入されるようにした。また、該制御直流電源11にバイアス電源13の電圧よりも同等以下の電圧のものを設けることで該フィラメント9の電圧を正とし、最終電極3eを該フィラメント9と同等以下の正電圧でグリッド12の電圧よりも低い電圧となり、フィラメント9からの熱電子が最終電極3eよりも電位の高いグリッド12へ入射して質量分離部4へ向かうことがなくなる。従って熱電子が質量分離部4のチャンパー壁に衝突して極高真空測定の妨げになるガスの放出を防止できる。尚、図示の例に於ける各電源の電圧を図中に併記した。

【0012】図1に示したベッセルボックス型エネルギー分析器に於いて、可変の電源15の電圧設定を固定したときにこれを通過できる運動エネルギーを持つイオンの軌道を矢印19で示すならば、これを通過できないイオンのうちこの通過イオンよりも運動エネルギーの小さいイオンは、矢印20で示すように反転し、この通過イオンよりも運動エネルギーの大きいESDIオンなどのイオンは、矢印21で示すように電極に入射する。通過するイオンの運動エネルギーは、可変の直流電源15を

調整することにより任意に変更でき、主直流電源10、フィラメント電源8及びバイアス電源13を図示の電位に設定し、該直流電源15の電圧を0Vとしたときは、図2に示すような電界が現れてイオンの軌道Aは質量分離部4の入口では拡散状態になるが、該直流電源15の電圧を40Vに設定したときは、図3に示した静電レンズ効果をもたらす電界が現れてイオンの軌道Bは質量分離部4の入口で収束し、 10^{-11} Pa以下の極高真空中で僅かなイオンしか発生せず、イオンエネルギー分析部3のイオン通過確率が低くても、イオンを収束させて質量分離部4へ導けるから、極高真空中の希薄なガスを分析することができ、質量分離部4に熱電子が到達しないため放出ガスもなく、正確な測定を行える。

【0013】測定真空を 6×10^{-8} Pa、及び 1.3×10^{-8} Paとし、該質量分離部4の四重極質量分析器を、質量数1、2、16、19、28のいずれかのイオンが透過できる条件に設定し、エネルギー分析部3のベッセルボックス型エネルギー分析器の可変の直流電源15を変化させたところ、イオン検出部5に接続した記録装置に図4乃至図8に示すようなイオンスペクトルが測定された。いずれの場合も該直流電源15の電圧が約35V、44V、46Vでイオン電流のピークが確認でき、質量数1、16、19では、約50Vにもピークが確認できる。この約35V、44V、46Vのピークは、圧力依存性があることから、気体イオンピークであることが分かる。また、質量数1、16、19で確認できる約50Vのピークは、圧力依存がないことや、グリッド電位約45Vに対し数V高いエネルギーで放出されていることから、ESDイオンであることが確認できる。

【0014】以上のことから、可変の直流電源15の電圧を35Vに設定すれば、イオン化領域で生成されたイオンのみ、すなわち、ESDイオンを除いて測定することができる。その結果の質量スペクトルを図9に示した。また、該直流電源15をESDイオンのみが通過できるように設定した結果を図10に示した。この場合、質量数1、16、19のピークがESD側の質量スペクトルで確認できる。質量数16のESDピークは気体イオンピークよりも大きい。質量数19に関しては、気体イオンとして確認できず、ESDピークのみ確認できる。

【0015】

【発明の効果】 以上のように本発明によるときは、熱電

子の照射により生成したイオンをエネルギー分析したのち質量分離してイオン検出部で検出する測定方法に於いて、該エネルギー分析にベッセルボックス型エネルギー分析器を使用すると共に該質量分離に四重極質量分析管を使用し、該分析器の出口側の最終電極の電位を該四重極質量分析管の中心電場の電位にほぼ等しくしたので、イオン通過率が向上して低真空から極高真空まで連続してその真空中のイオン種とイオン量を測定することができ、熱電子が該質量分析管に到達しないので感度も良好で正確な測定を行え、請求項3の構成とすることにより本発明の方法を簡単且つ安価に実施できる等の効果がある。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の方法の実施に使用した装置の断面線図

【図2】 図1のベッセルボックス型エネルギー分析器の最終電極を0Vとしたときの電界の線図

【図3】 図1のベッセルボックス型エネルギー分析器の最終電極を40Vとしたときの電界の線図

【図4】 図1の装置の四重極質量分析管を質量数1に設定してベッセルボックス型エネルギー分析器の電源を可変走査したときのイオンスペクトル図

【図5】 図1の装置の四重極質量分析管を質量数2に設定してベッセルボックス型エネルギー分析器の電源を可変走査したときのイオンスペクトル図

【図6】 図1の装置の四重極質量分析管を質量数16に設定してベッセルボックス型エネルギー分析器の電源を可変走査したときのイオンスペクトル図

【図7】 図1の装置の四重極質量分析管を質量数19に設定してベッセルボックス型エネルギー分析器の電源を可変走査したときのイオンスペクトル図

【図8】 図1の装置の四重極質量分析管を質量数28に設定してベッセルボックス型エネルギー分析器の電源を可変走査したときのイオンスペクトル図

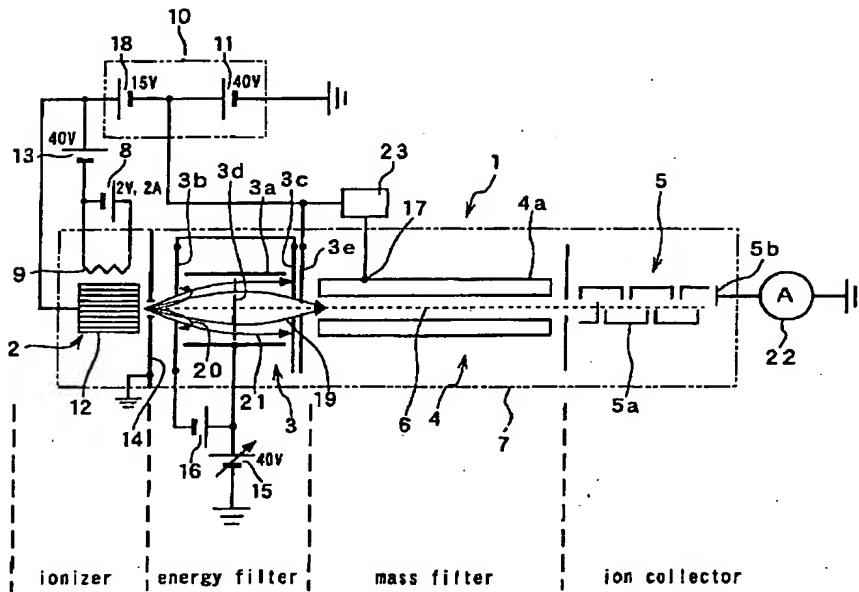
【図9】 本発明の方法により測定した気体イオンの質量スペクトル図

【図10】 本発明の方法により測定したESDイオンの質量スペクトル図

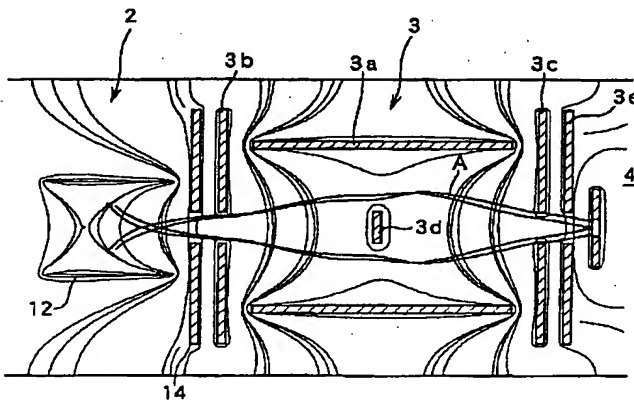
【符号の説明】

1 質量分析装置、2 イオン生成部、3 イオンエネルギー分析部、3a 円筒型電極、3b・3c 両端電極、3d 邪魔板、3e 最終電極、4 質量分離部、5 イオン検出部、6 イオン引出軸、9 フィラメント、12 グリッド、14 引出電極、

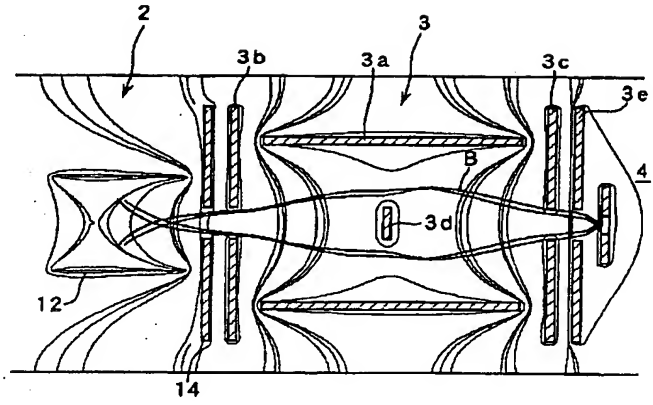
【図 1】



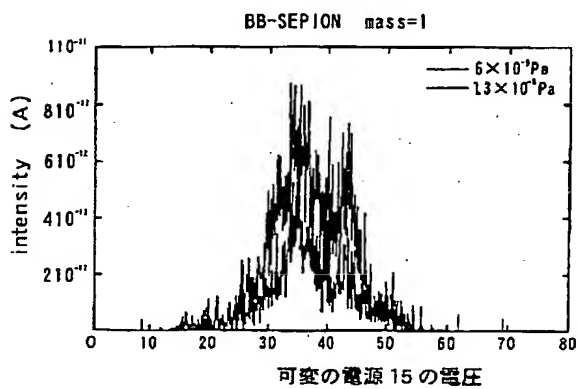
【図 2】



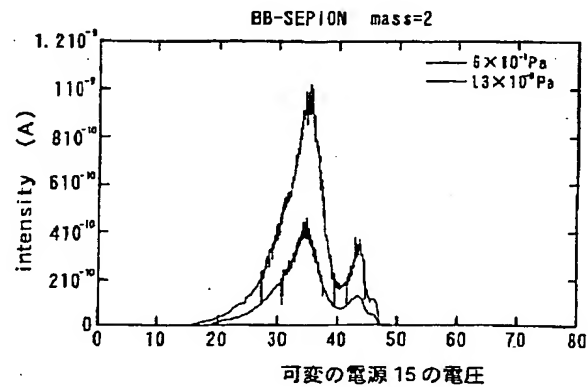
【図 3】



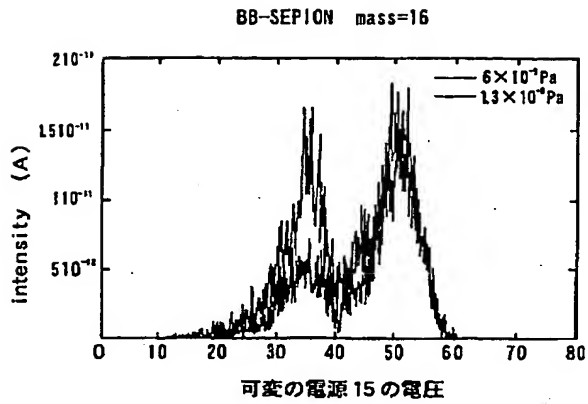
【図 4】



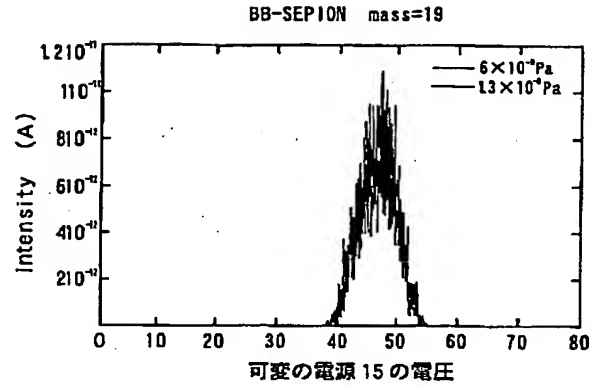
【図 5】



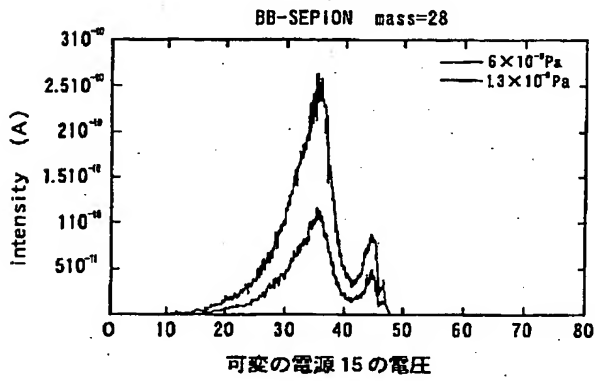
【図6】



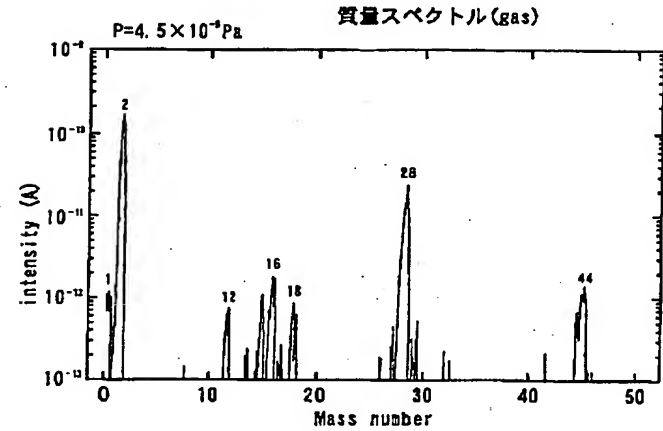
【図7】



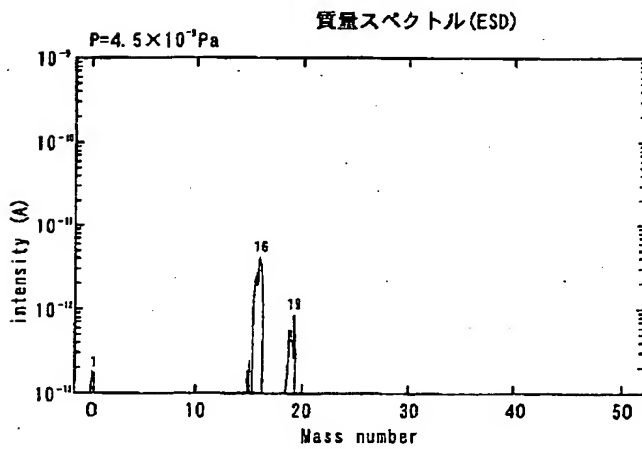
【図8】



【図9】



【図10】



【手続補正書】

【提出日】平成10年9月1日(1998. 9. 1)

【補正方法】変更

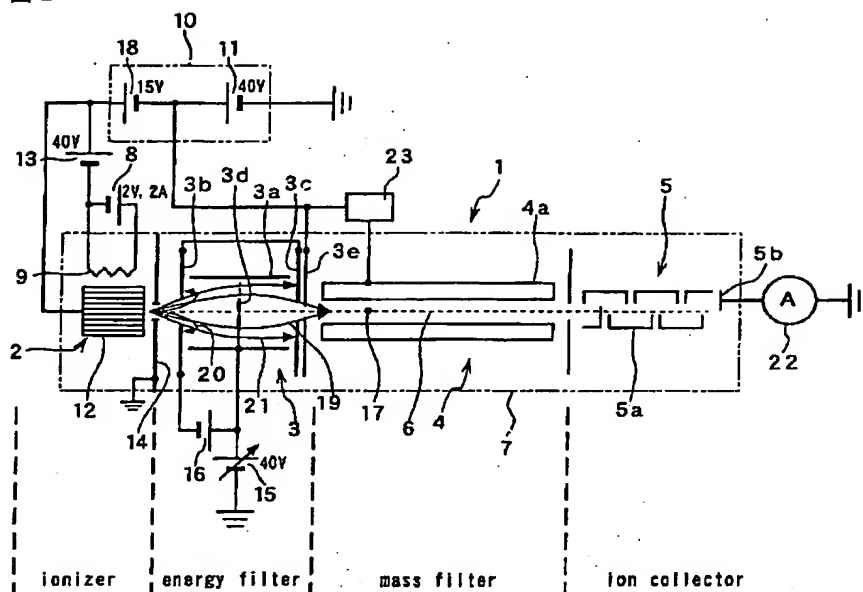
【手続補正1】

【補正内容】

【補正対象書類名】図面

【図1】

【補正対象項目名】図1



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.